

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

POUR OBTENIR

le titre de Docteur de l'Université de Nancy

(Mention Sciences)

PAR

M. LIU PING-KUN

Licencié ès Sciences de National Central University, à Nankin

1^{re} THÈSE. - Résistance à la traction à chaud des matériaux réfractaires.

2^e THÈSE. - Propositions données par la Faculté.

Soutenues le 12 juillet 1938 devant la Commission d'examen

Président . . . MM. LONGCHAMBON.

Examineurs . } E. URION.
DONZELOT.

NANCY

IMPRIMERIE GEORGES THOMAS

Angle des rues de Solignac et Henri-Lepage

1938

Université de Nancy - Faculté des Sciences

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

POUR OBTENIR

le titre de Docteur de l'Université de Nancy

(Mention Sciences)

PAR

M. LIU PING-KUN

Licencié ès Sciences de National Central University, à Nankin

1^{re} THÈSE. - Résistance à la traction à chaud des matériaux réfractaires.

2^e THÈSE. - Propositions données par la Faculté.

Soutenues le juillet 1938 devant la Commission d'examen

Président . . . MM. LONGCHAMBON.

Examineurs . } E. URION.
DONZELOT.

NANCY

IMPRIMERIE GEORGES THOMAS

Angle des rues de Solignac et Henri-Lepage

1938

UNIVERSITÉ DE NANCY - FACULTÉ DES SCIENCES

Doyen: M. CORNUBERT

Assesseur: M. HUSSON

Doyen honoraire: M. LEAU

Professeurs honoraires: MM. CARTAN, BLAISE, GUYOT,
DARMOIS E., GUTTON, CROZE, VAVON, DARMOIS G.,
RAYBAUD, BOURION, CUÉNOT, GAIN, LEAU.

Maîtres de conférences honoraires: MM. FÉRÉE, DELATOUR,
RICHARD, FRIEDEL, RAUX.

Secrétaire honoraire: M. BERTRAND.

Professeurs:

MAUDUIT	Electrotechnique.
HUSSON	Mécanique rationnelle.
FALLOT	Géologie.
TRAVERS	Chimie industrielle.
CORNUBERT	Chimie organique.
LONGCHAMBON	Minéralogie.
COURTOT	Chimie appliquée à la teinture.
BOUIN	Zoologie appliquée.
DE MALLEMANN	Physique.
CHEVALLIER	Physique.
LAFFITTE	Chimie minérale.
URION	Chimie.
DELSARTE	Analyse supérieure.
DUBREIL	Calcul différentiel et intégral.
REMY	Zoologie.
CERIGHELLI	Botanique.
DONZELOT	Chimie physique et Electrochimie
LERAY	Mécanique appliquée.
JOLY	Géologie de Lorraine.
LAPORTE	Physique.
POIROT	Physique.

Maîtres de conférences:

MM. CHALAUD.....	Botanique.
DIEUDONNÉ	Mathématiques

Secrétaire: M. LAPOINTE



A MES PARENTS

A LA MÉMOIRE DE MON ONCLE

A MES FRÈRES

*Témoignage d'affection
et de reconnaissance.*

A mon Maître

M. L. LONGCHAMBON

Professeur à la Faculté des Sciences de Nancy
Directeur du Laboratoire des Réfractaires

Hommage respectueux.

PREMIÈRE THÈSE

**Résistance à la traction à chaud
des matériaux réfractaires**



Digitized by the Internet Archive
in 2026

AVANT-PROPOS

Ce travail a été effectué dans le laboratoire et sous la haute direction de M. L. Longchambon, Directeur du Laboratoire des réfractaires, Professeur à la Faculté des Sciences de Nancy.

Pendant notre séjour, M. Longchambon a guidé nos recherches avec une grande bienveillance et nous a aidé de ses conseils éclairés et de sa grande expérience dans le vaste domaine de la céramique qui lui est particulièrement familier. Il n'a cessé, en toutes circonstances, de nous prodiguer des encouragements et des facilités qui ont contribué à rendre plus agréable et plus intéressante encore l'exécution de notre travail.

Que notre Maître veuille bien nous permettre de lui exprimer ici l'expression de notre profond respect et de notre reconnaissance la plus vive.

Nous prions MM. les Professeurs Urion et Donzelot d'accepter nos remerciements pour avoir bien voulu faire partie de notre jury d'examen.

Nous nous faisons également un plaisir de remercier M^{lle} Besson et M. Brenon pour leurs conseils judicieux, leur aide précieuse et les services qu'ils nous ont rendus.

Nous adressons notre souvenir plein de gratitude à nos camarades M. Zajtman dont l'expérience nous a maintes fois aidé et MM. Schiff et Tchintcharadze pour les multiples services qu'ils nous ont rendus au laboratoire.

Nous conservons un souvenir reconnaissant de l'excellent enseignement que nous avons reçu à l'Ecole Nationale Supérieure de Céramique de Sèvres.

Enfin, nous remercions sincèrement le Gouvernement de la Province de Shantung, et particulièrement M. Ho, Directeur du Bureau de l'Education, à qui nous devons d'avoir pu faire en France un séjour aussi profitable.

I. — INTRODUCTION

Depuis quelques dizaines d'années l'industrie du feu manifeste à l'égard des produits réfractaires un souci de contrôle qui a déterminé une amélioration considérable à la fois dans la qualité des matériaux réfractaires et dans la précision des méthodes de contrôle.

En 1914, l'Association Allemande des fabricants de produits réfractaires a décidé de désigner sous le nom de « Réfractaires » tous matériaux résistant sans déformation ni fusion à la température de la montre 26 de Seger, soit 1.580° . Cette définition a été depuis acceptée par la plus grande partie des pays industriels.

Sans exagérer l'importance de cette définition, il sera cependant permis de remarquer à quel point elle est abusive. Aucun réfractaire silico-alumineux, non plus que la magnésie ou la bauxite ne pourraient satisfaire à cette définition, et seules les très bonnes briques de silice mériteraient le titre de matériaux réfractaires.

Depuis peu il est vrai, on juxtapose à la température de fusion la résistance sous charge à haute température. Nous croyons devoir citer ici M. L. Longchambon, Directeur du Laboratoire des Réfractaires de l'Université de Nancy, qui depuis si longtemps mène la lutte pour substituer à la notion de point de fusion des réfractaires celle de leur résistance mécanique aux hautes températures.

Parlant au Congrès Technique de l'Industrie Céramique, le 8 juin 1937, M. Longchambon s'exprime ainsi sur la définition de la réfractairité :

« Nous adopterons une définition extrêmement simple de la réfractairité tirée de l'utilisation même des matériaux réfractaires. Ceux-ci sont en effet des matériaux de construction comme tous les autres matériaux qui servent à faire des murs, des voûtes et des massifs. Leur seule particularité, c'est qu'ils doivent tenir à des températures qui parfois, et plus rarement qu'on ne le pense, sont relativement élevées. De là il résulte que le matériau réfractaire doit avoir les qualités du corps solide à froid et les conserver en partie à chaud.

« Nous dirons donc qu'un produit est réfractaire s'il est susceptible de résister à un certain effort mécanique à définir, à la température d'utilisation. Le rôle de l'ingénieur est de déterminer la température d'utilisation et de calculer les efforts que doit supporter le réfractaire à cette température. Le rôle du laboratoire d'essais est de reproduire cette même température et de constater si la résistance du réfractaire est supérieure, égale ou inférieure à celle reconnue nécessaire. »

La notion de réfractairité ainsi définie a d'ailleurs été longue à se dégager. On a longtemps pensé pouvoir se servir du point de fusion en appelant ainsi la température à laquelle s'affaisse un petit cône taillé dans l'échantillon ou obtenu par l'agglomération d'une poudre avec une petite quantité de liant organique. Mais les températures ainsi obtenues étaient supérieures de plusieurs centaines de degrés aux températures limites d'utilisation reconnues par l'expérience industrielle. C'est pourquoi, à l'heure actuelle,

la notion de point de fusion ne peut être retenue que contre un réfractaire, si la température de fusion est reconnue insuffisante.

Par contre, dans le cas de point de fusion élevé, rien ne prouve que le ramollissement n'est pas obtenu déjà à une température très inférieure, si bien que la température mesurée risque d'induire en erreur de façon inadmissible.

On en est donc venu à la détermination de la résistance à l'écrasement aux différentes températures. Depuis 1915, époque à laquelle Mellor et Moors ont publié leur étude sur « L'Influence de la pression sur la tenue au feu des argiles réfractaires », beaucoup de chercheurs ont fait des études approfondies sur ce genre d'essais pendant les 20 dernières années.

Cependant, les méthodes ne se sont pas unifiées. En Europe, on charge une éprouvette d'une pression constante, 1 à 2 kgs par cm^2 , et on mesure les variations de longueur en montant lentement en température. Les dimensions des éprouvettes varient d'un laboratoire à l'autre.

En Amérique, on charge une brique réfractaire et on la soumet à une température constante. On suit alors le fléchissement en fonction du temps. On recommence ensuite à une température différente. Il est évident que cette méthode fournit d'excellents renseignements sur le réfractaire, mais aussi qu'elle est longue et coûteuse.

On a également déterminé la charge de rupture à température constante, en augmentant progressivement et lentement la charge. Cette technique exige également un grand nombre d'essais à des températures variables.

Tous ces essais font intervenir la résistance à la compression. Mais dans certains cas, les réfractaires travail-

lent à l'arrachement : les pots de verrerie par exemple ont tendance à s'élargir sous la pression du verre qu'ils renferment.

MM. J.-F. Hyslop, R.-F. Proctor et H.-C. Riggs ont abordé l'étude des réfractaires à la traction. Je rapporte ci-dessous la description de leur technique :

Dans les essais une charge étalonnée de 500 gr./cm² est utilisée. L'allongement de l'échantillon est mesuré par un levier optique d'amplification 250. La température est mesurée avec un couple chromel-alumel en étroit contact avec l'échantillon jusqu'à 1.200° au-dessus de laquelle on se sert d'un couple tungstène-molybdène. Un four à enroulement de molybdène avec une atmosphère d'hydrogène et un tube de 10 cm. de longueur et de 2 cm. de diamètre intérieur est utilisé. La baguette avec une section de 1 cm² est saisie étroitement à une des extrémités avec une pince. La vitesse de chauffe est de 10° par minute.

Les essais ont porté sur des mélanges dans lesquels on a fait varier soit la température de cuisson, soit la composition chimique. L'influence de la granulométrie a également été étudiée. Les auteurs ont pu montrer l'influence néfaste de l'oxyde de fer et l'intérêt de la cuisson de la chamotte. Enfin, ils ont étudié l'influence d'additions de silice et d'alumine à l'argile.

Après ces auteurs, L. Longchampon a repris les essais à la traction dans une étude d'ensemble de la réfractairité qui résume 15 ans d'expérience industrielle dans l'industrie du feu et dans le contrôle des matériaux réfractaires. Dans sa communication faite au Congrès Technique de l'Industrie Céramique, le 8 juin 1937, il a expliqué comment on interprète à tort les essais d'écrasement. Il a été ainsi

amené à définir la réfractairité aux limites d'utilisation industrielles, qui est indépendante de l'histoire thermique du réfractaire et qui est déterminée par la coïncidence des courbes d'écrasement et de traction. Nous pensons utile de citer ici largement l'auteur en raison de l'importance de la question, importance qui a déterminé nos propres études.

En Europe, on détermine généralement la déformation en fonction de la température, sous charge constante, la température variant de façon linéaire et lente, 5 ou 2 degrés par minute. On obtient ainsi un diagramme d'affaissement reproduit sur la figure 1. La courbe obtenue varie sensiblement d'un laboratoire à l'autre, suivant le modèle de four utilisé, la dimension des échantillons, la rapidité de montée en température, et enfin les méthodes d'observation de la déformation et de la température. Cependant les courbes conservent à peu près la même allure et ne sont que plus ou moins déplacées vers les températures basses ou élevées.

Je n'ai pas l'intention d'étudier les raisons qui font que ces courbes varient d'un laboratoire à l'autre.

Le diagramme enregistre la dilatation thermique de l'échantillon à laquelle s'ajoute la dilatation des tiges qui servent à appliquer la charge. Puis au point A (fig. 1) commence un palier qui se termine en B. Enfin, la courbe s'incline plus ou moins rapidement, indiquant que l'échantillon diminue de longueur, puis elle plonge verticalement lorsque se produit un affaissement franc du matériau.

C'est sur l'interprétation de ce diagramme que j'entends attirer l'attention. Nous allons voir en effet que les écarts observés entre les diagrammes obtenus dans différents laboratoires sont peu de chose en regard de l'erreur que l'on commet dans leur interprétation générale.

La fig. 1 est le diagramme d'affaissement d'un réfractaire silico-alumineux de bonne qualité constitué par de la terre de Provins à 22 % d'alumine et cuit vers 1.250°. Il a été obtenu sous 2 kgs/cm², avec une montée en température de 2° par minute. L'ingénieur qui a demandé l'exécution de

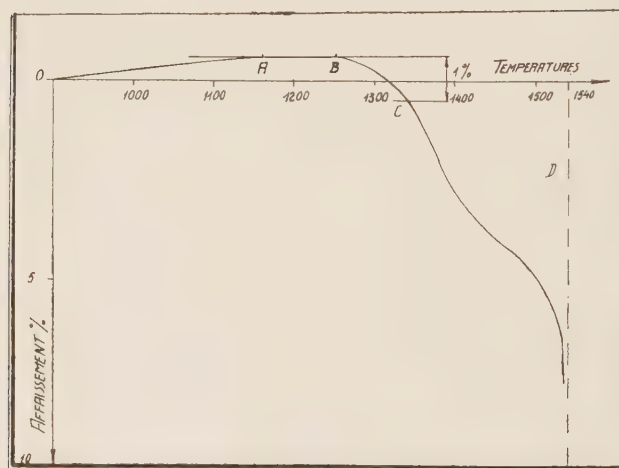


FIG. 1

ce diagramme a également demandé le point de fusion. On lui a généreusement indiqué pour ce dernier 1.720°. Considérant le diagramme, cet ingénieur observe que son réfractaire est totalement inutilisable sous la charge de 2 kgs à 1.540°, c'est-à-dire à 200° au-dessous du point de fusion. Il note que le début de l'affaissement, en B, est à 1.250°. Mais s'il est pointilleux, il peut estimer que tout le long du palier AB, le raccourcissement du réfractaire serait sensible s'il n'était masqué par la dilatation thermique des tiges servant à transmettre la charge. Le réfractaire donne-

rait ainsi des signes de ramollissement aux environs de 1.150° . Au total l'ingénieur sait que son réfractaire ne fond qu'à 1.720° , mais qu'il ne peut guère compter sur lui dès 1.150° , qu'au prix de déformations non chiffrées. Or, l'intervalle $1.150-1700$ est justement celui qui intéresse l'ingénieur du feu et c'est justement dans ce domaine que le diagramme semble manquer complètement de précision.

Dans les différents laboratoire d'essais européens, on prend comme définition de la réfractairité soit le point B où la courbe abandonne sa tangente horizontale, soit le point C qui marque un affaissement de 1 %. Le point C a en effet l'avantage de correspondre à une température nettement supérieure à celle du point B. En cela, il correspond déjà mieux à ce que l'on sait pratiquement du réfractaire, car chacun sait qu'il ne peut être question de mettre en doute la bonne tenue d'un réfractaire de Provins aux environs de 1.200° , en dépit du diagramme. Le point C a en outre l'avantage de se voir parfaitement, car la courbe coupe franchement l'ordonnée correspondant à l'affaissement de 1 %. Le point B au contraire paraît mal défini, car on ne sait jamais à quel moment, sur le diagramme, la courbe se sépare de sa tangente. Il est d'ailleurs amusant de noter que, au laboratoire d'essais, c'est le point B, début d'affaissement, qui s'enregistre avec le plus de précision. Mais je parle du diagramme et de l'interprétation qu'on en fait.

On voit que la technique européenne paraît inférieure à la technique américaine du point de vue de la précision. Cette dernière technique affirme que le réfractaire tient sous la charge imposée. Malheureusement cette précision est sans utilisation pratique, car si la technique américaine

précise bien que le réfractaire tient à une certaine température sous une charge donnée, on constate que si l'on se fixe une charge raisonnable la température limite d'utilisation trouvée est extrêmement basse. Pour fixer cela par un exemple il suffit de reprendre l'exemple de la fig. 1 et de l'interpréter suivant le technique américaine. Supposons qu'on applique une charge de 2 kgs/cm², qui est celle de l'essai européen, on ne trouvera pas de déformation avant 1.250°, mais au-dessus de cette température l'essai condamnera le réfractaire.

Or, dans l'industrie du verre, le réfractaire à 22 % d'alumine dont il s'agit est utilisé jusqu'à 1.525°. Où git donc la contradiction, entre les essais de laboratoire que nous venons de rapporter et la pratique de l'utilisation des réfractaires ? Elle est dans la définition des efforts mécaniques auxquels le réfractaire est soumis dans la pratique, et par conséquent dans la définition des efforts auxquels le laboratoire doit soumettre ledit réfractaire. Faute de connaître les efforts pratiques, le laboratoire soumet le réfractaire à des efforts qui sont en général beaucoup trop élevés et de ce fait le pénalise de façon inadmissible.

Si les efforts étaient connus, la technique d'essai serait facile à imaginer, sinon à mettre en pratique. Il suffirait de connaître la résistance aux différentes températures, c'est-à-dire la courbe de déformation à température constante sous charge variable, à vitesse lente de variation. Mais on voit déjà la difficulté d'un seul essai, et c'est toute une série de 100 en 100° au plus qu'il serait nécessaire d'effectuer. Cette façon de procéder utilisable dans les cas exceptionnels ne peut constituer un mode de contrôle général. Je l'ai cependant appliquée dans de nombreux cas pour des

utilisations industrielles parfaitement connues, et cela m'a permis d'en faire découler une méthode rapide de contrôle serrant la réalité industrielle de très près.

CHOIX D'UNE TECHNIQUE DE CONTRÔLE

Pour savoir ce que nous devons exiger d'une méthode d'essai revenons à la définition du réfractaire : matériau devant résister à des efforts mécaniques à une température donnée.

1° Si le réfractaire est à température uniforme dans toute sa masse et supporte une charge connue, c'est le cas d'un empilement de Cowper, il faut procéder à l'essai américain. Nous plaçons un échantillon de réfractaire sous une charge connue, double par exemple de la charge d'utilisation normale, nous le portons à la température d'utilisation majorée de 50 ou 100° suivant les écarts possibles du four, et nous mesurons la déformation en fonction du temps.

Dans ces conditions, et sauf aux basses températures, on enregistre toujours une déformation. Mais celle-ci va soit en augmentant avec le temps, soit en tendant vers une limite. Dans le premier cas le réfractaire est à rejeter. Dans le deuxième cas, il est acceptable si la déformation permanente constatée est tolérable. Pratiquement, les charges que supportent les réfractaires dans les fours industriels ne dépassent guère 2 kgs par cm².

2° Mais le cas le plus fréquent est celui où le réfractaire constitue une paroi exposée au feu d'un seul côté. Le matériau est alors très chaud sur l'une de ses faces, presque froid sur la face opposée et les efforts mécaniques sont supportés par des régions à basse température beaucoup plus

résistantes qu'il n'est en général nécessaire. Calculer la résistance d'une telle paroi sur la résistance de la région la plus chaude qui représente 5 % environ de la brique, devient alors tout à fait déraisonnable.

Mais, ce qui peut être en question relativement aux zones les plus chaudes, c'est la réfractarité absolue du réfractaire. Il s'agit de savoir si cette partie va fondre et provoquer l'écroulement du massif en gagnant de plus en plus sur les parties froides.

Il semblerait alors que ce soit la mesure du point de fusion qui s'impose. Il n'en est rien cependant. En effet, le point de fusion obtenu par l'affaissement du cône Seger taillé dans la brique, ou reconstitué avec de la brique, indique une température très supérieure à la température limite d'utilisation indiquée par la pratique. Cela provient de ce que le réfractaire est déjà pâteux bien avant de s'affaisser, donc inutilisable avant la température indiquée par le cône Seger. En pratique, pour le réfractaire que nous avons pris pour exemple, il y a près de 200° d'écart entre la température limite d'utilisation et le point de fusion. C'est pourquoi je considère cet essai comme le plus désastreux qu'on puisse faire et que je me suis toujours refusé à l'introduire dans les cahiers des charges qui m'ont été soumis. Je mène cette lutte contre le point de fusion des réfractaires silico-alumineux depuis près de 15 ans, mais cette notion est encore fort solidement ancrée.

Il faut lui substituer le diagramme d'affaissement. C'est bien l'avis de tous les spécialistes, mais encore ne faut-il pas tomber d'un excès dans l'autre et passer brusquement de 1.780° à quelques 1.100 ou 1.200°.

Je me propose d'établir que la limite pratique d'utilisation d'un réfractaire dans les conditions normales, c'est-à-dire en dehors du cas précédent traité au paragraphe I, est indiquée par le diagramme d'affaissement sous 2 kgs/cm² à la condition d'en négliger tous les détails et de ne tenir compte que de l'asymptote verticale d'affaissement franc, soit 1.520-1.540° dans le cas de la fig. 1.

Je vais faire défiler devant vous quelques essais ordonnés d'une façon systématique et qui entraîneront je l'espère votre conviction. Je reprends le réfractaire en terre de Provins à 22 % d'alumine, constitué par 50 % de cru et 50 % de cuit. Je suppose qu'il n'a pas été cuit par le fabricant et je trace sa courbe de réfractairité sous 2 kgs/cm². Cette fois la courbe 1 (fig. 2) montre un fléchissement à partir de 1.000° et nous arrêterons l'expérience vers 10 % d'affaissement. Alors on ne manquera pas de dire qu'il s'agit là non pas d'un affaissement par manque de réfractairité, mais d'une diminution de longueur par retrait de cuisson. On voit immédiatement que sur tous les diagrammes d'affaissement, on risque constamment de confondre le retrait et l'affaissement vrai. Si dans le cas présent nous savons qu'il s'agit de retrait c'est parce que nous avons pris la brique à l'état cru, par contre s'il s'agit d'une brique cuite en dehors du laboratoire, nous ne savons plus que penser.

Mais reprenons notre échantillon qui a subi 10 % d'affaissement, laissons le refroidir dans l'appareil et recommençons l'expérience. Non seulement il ne bouge plus à 1.000° et nous arrêterons l'expérience vers 10 % d'affaissement la courbe 2 (fig. 2). On lui fait prendre 10 % d'affaissement entre 1.425 et 1.520. Arrêtons, laissons refroidir et recommençons. Cette fois les premiers signes de défaillance

apparaissent à 1.500° et l'affaissement est franc à 1.525° , courbe 3 (fig. 2). Ainsi donc le même réfractaire peut nous donner les trois courbes de la fig. 2, suivant son histoire thermique.

Deux remarques fondamentales sont à faire sur la fig. 2 :

1° Une cuisson et une compression suffisantes font dis-

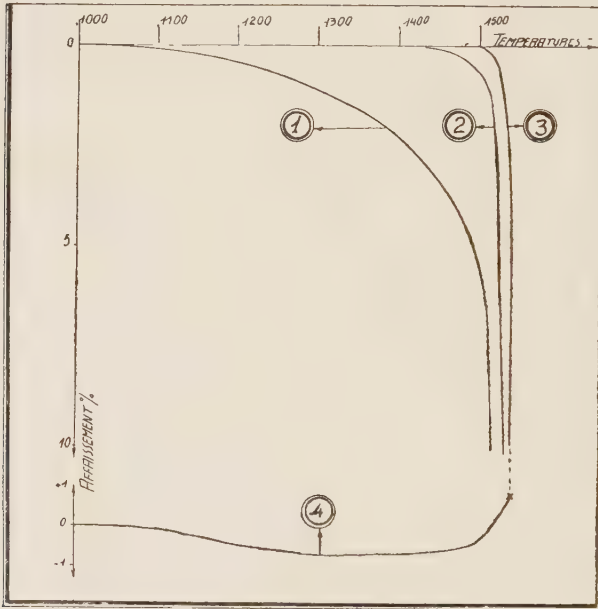


FIG. 2

paraître le retrait et conduisent à un réfractaire à affaissement franc.

2° Les asymptotes verticales des 3 courbes sont pratiquement les mêmes à 25° près.

Appliquons ces diagrammes dans la pratique : si la brique est dans un empilage, elle ne bougera guère en dessous

de 1.000° . Mais s'il fait très chaud, elle prendra un retrait plus ou moins considérable, pouvant atteindre 20 % et finalement s'effondrera pour peu qu'elle supporte 2 kgs par cm^2 et que la température dépasse légèrement 1.500° . Nous en concluons également que si l'on ne veut tolérer aucun retrait sous cette charge, il faut aller à des températures de

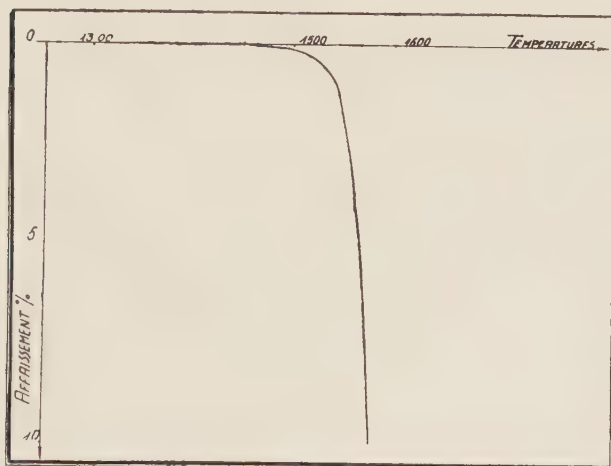


FIG. 3

cuisson très élevées. si l'on tient compte de l'absence de pression pendant la cuisson.

Il faut ajouter ici une autre donnée qui ne ressort pas des essais relatés ci-dessus, mais qui est un fait expérimental industriel: le maintien d'une température élevée pendant un temps prolongé produit le même effet sur un silico-alumineux qu'une température plus élevée maintenue moins longtemps, accompagnée ou non de compression. La figure 3 est le diagramme d'affaissement d'un réfractaire silico-

alumineux à 25 % d'alumine maintenu à 1.200° environ dans un four à coke pendant 10 ans. Ce réfractaire a une courbe d'affaissement brusque comme une brique de silice. C'est ce que j'appelle un silico-alumineux stabilisé.

Sur la fig. 2 le réfractaire stabilisé correspond à la courbe 3. Mais l'on voit que la température limite d'utilisation, 1.525°, est déjà très correctement indiquée, à 25° près, par le diagramme d'affaissement du réfractaire cru, c'est-à-dire par la courbe 1. D'où il résulte que l'asymptote verticale du diagramme d'affaissement du réfractaire indique la limite d'utilisation quelle que soit l'histoire thermique de l'échantillon.

C'est cette asymptote verticale que j'appelle la réfractairité du matériau, ou encore limite d'utilisation pratique. Elle caractérise la matière constituant le matériau et est pratiquement indépendante de sa constitution mécanique et de sa cuisson. Cette asymptote est la caractéristique essentielle du réfractaire, car la tenue au feu de celui-ci ne dépend pas des inflexions de la courbe 1, c'est-à-dire du diagramme du produit cru ou peu cuit. La courbe 1 mesure le retrait de cuisson, c'est son asymptote verticale qui indique la réfractairité.

Cette distinction entre retrait et affaissement au-dessus de la limite d'utilisation est capitale. Le raccourcissement par retrait est de nature à créer des inconvénients au cours de l'utilisation, c'est lui qui va augmenter les joints de la maçonnerie et même provoquer quelque dislocation s'il est très important, c'est-à-dire si la brique a été mal cuite par le fabricant. Mais il ne doit pas être confondu avec l'affaissement par manque de réfractairité, car pendant tout le temps que la brique se raccourcit par retrait, elle gagne en qualité réfractaire puisqu'elle se rapproche de son état de

stabilisation, c'est-à-dire tend vers la rigidité caractéristique du réfractaire stabilisé qui correspond à la courbe 3 de la fig 2.

Si j'ai tenu à faire une distinction très nette entre le retrait et l'affaissement, c'est que le réfractaire en état d'affaissement (1.525°) est dans un état catastrophique au point de vue de la maçonnerie et du four. Il est mou, visqueux, cède au choc du ringard, il va couler pour peu que la température augmente et surtout, il va se combiner avec tous les produits qui peuvent venir en contact avec sa surface, poussière, cendres, scories, etc.

Dans la zone de retrait au contraire, le réfractaire est encore solide, bien que cela ne se voit pas sur les courbes d'affaissement. Il est facile d'en donner une démonstration en faisant appel à un essai qui, au lieu de placer le retrait et l'affaissement dans le même sens, va opposer les deux phénomènes. Au lieu d'écraser le réfractaire, il suffit d'étudier sa déformation à la traction. La courbe 4 de la fig. 2 est le diagramme de déformation à la traction d'une baguette taillée dans le même réfractaire à 22 % d'alumine qui a donné les courbes d'écrasement de la même figure. La charge de traction est également de 2 kgs/cm^2 , et le réfractaire est cru. On peut donc constater que la courbe 4 décolle de l'horizontale sensiblement comme la courbe 1, mais, malgré la charge de traction qui tend à allonger le réfractaire, celui-ci se raccourcit. Et il se raccourcit pendant toute la période de grésage, c'est-à-dire soulève la charge qui lui est appliquée, effectuant ainsi un travail positif du à la cristallisation de la silice et de la mullite. Enfin, vers 1.450° , la dilatation thermique prend le pas sur le retrait, et bientôt lui succède l'allongement de la phase visqueuse qui s'accroît progressivement jusqu'à la rupture

franche qui se produit, à très peu de chose près à l'intersection de la courbe 4 avec l'asymptote verticale de la courbe 3, c'est-à-dire à la température que j'ai appelée réfractairité ou limite d'utilisation pratique du réfractaire.

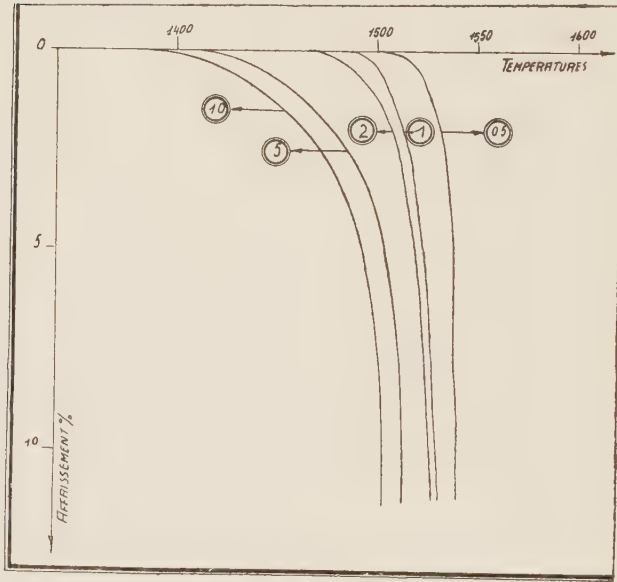


FIG. 4

Tout ce qui précède est relatif à une charge de 2 kgs/cm². Pourquoi cette valeur ? Tout d'abord parce que c'est une limite supérieure des efforts que l'on rencontre dans les fours industriels. Cet argument à lui seul serait suffisant. Mais il en est un autre décisif, c'est que les diagrammes de réfractairité varient très peu en fonction de la charge, dans les limites pratiques. La figure 4 montre cette varia-

tion en fonction de la charge exprimée en kilos sur les courbes. Il s'agit toujours du même réfractaire à 22 % d'alumine. Sous 0,5 kgs/cm², la réfractairité est environ 1540° et sous 10 kgs./cm² elle est de 1.500°. On voit combien la réfractairité que je définis par l'asymptote du diagramme sous 2 kgs, soit ici 1.525°, s'identifie à quelques degrés près, avec la limite d'utilisation sous les charges les plus faibles.

Pour préciser, j'ajoute que tous les essais ci-dessus rapportés sont effectués sur cubes de 2 cm. d'arête, en atmosphère réductrice et à la vitesse de chauffe de 2° par minute.

Je voudrais insister sur ce que la notion de réfractairité, c'est-à-dire de limite d'utilisation que je viens de donner comme résultant d'essais de laboratoire, est en réalité le fruit d'une longue expérience de contrôle industriel des réfractaires dans les conditions même d'emploi. Le réfractaire à 22 d'alumine que j'ai pris pour exemple tout au long de cette démonstration est le constituant classique des pots de glacerie. A 1.525°, ces pots supportent la masse du verre en fusion. Le réfractaire est donc bien utilisable à cette température extrême, et l'on sait aussi qu'il est à sa limite d'utilisation, car quelques dizaines de degrés d'élévation de température suffiraient à le mettre totalement hors d'usage. En glacerie comme en gobeletterie, on travaille sur l'asymptote verticale du diagramme, et il n'est pas difficile de déceler avec un ringard un commencement de malléabilité du réfractaire.

L'intérêt de l'étude de la résistance à la traction à chaud étant ainsi clairement démontrée, nous nous sommes pro-

posé de donner à cette méthode une forme définitive, d'étudier la concordance de ces résultats avec l'expérience industrielle, et enfin de nous servir de cette méthode pour étudier l'influence de la variation de quelques facteurs sur la réfractarité des terres réfractaires. Au préalable, nous avons effectué quelques essais de résistance à la traction à froid. Comme on va le voir par la suite, ce genre d'essais est très imprécis. On sera surpris de trouver plus loin la fidélité de nos essais de traction aux hautes températures.

II. — ESSAIS DE TRACTION A FROID

Pour l'étude de cette propriété, nous avons fabriqué des éprouvettes cylindriques suivant la même technique que nous avons utilisée pour les éprouvettes destinées aux essais de traction à hautes températures, technique sur laquelle nous reviendrons plus loin. L'éprouvette est séchée et tournée. Sa partie médiane est amenée au diamètre voulu pour avoir une section de 1 ou 2 cm².

Les extrémités de l'éprouvette sont placées dans des colliers serrés par des boulons. Le tout est arrangé comme il est visible sur la fig. 5. De la grenaille de plomb permet d'appliquer une charge progressive jusqu'à la rupture. On trouve si-dessous les valeurs obtenues pour 8 éprouvettes en terre Beaujard grasse, sans aucune addition.

CHARGE TOTALE	DIAMÈTRE	SECTION	RÉSISTANCE EN KG/CM ²
15,0 Kg	1,10 cm.	0,95 cm ²	15,8
13,0	1,13	1	13
18,5	1,13	1	18,5
22,08	1,13	1	22,1
23,58	1,13	1	23,6
21,25	1,13	1	21,3
14,49	1,09	0,93	15,5
19,41	1,13	1	19,4

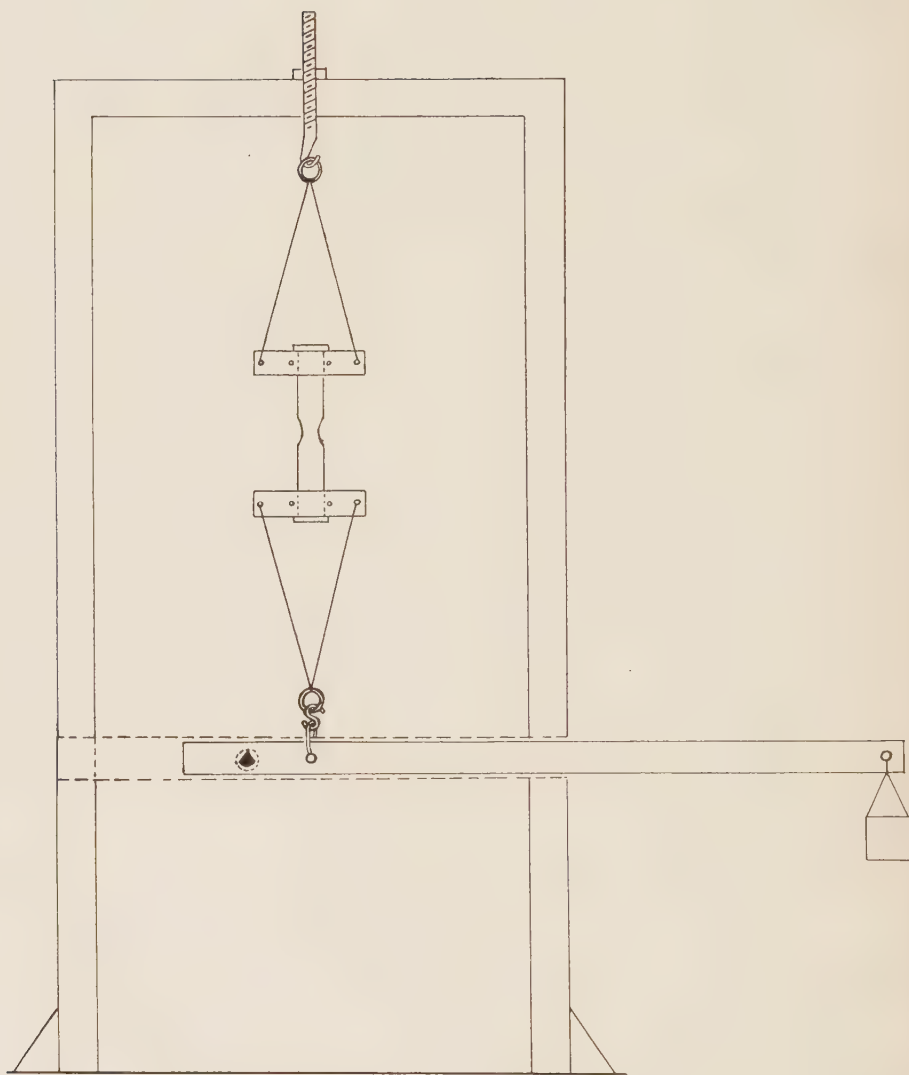


FIG. 5

On voit que les écarts atteignent et même dépassent 30 % de la valeur moyenne de la résistance. Le peu de précision de cette mesure ne permet donc point de la prendre comme guide dans des recherches sur l'argile. Nous avons cependant fait quelques essais supplémentaires pour essayer de faire apparaître une amélioration possible. C'est ainsi que nous avons étudié des pâtes préparées comme dans l'industrie par un mélange de terre grasse et de matériaux inertes.

Les résultats donnés ci-dessous sont relatifs à un mélange à 50 % de terre grasse de Courtil et de sable de Fontainebleau passant entre les tamis 60 et 80.

CHARGE TOTALE	DIAMÈTRE	SECTION	RÉSISTANCE EN KG/CM ²
9,65 Kg.	1,10 cm.	0,95 cm ²	10
6,99	1,06	0,95	7,9
6,87	1,09	0,93	7,4
12,86	1,13	1	12,9
13,88	1,13	1	13,9

Nous avons également étudié un mélange industriel destiné à la fabrication des pots de glacerie qui nous a été fourni par la Glacerie de Boussois. Les argiles grasses et maigres de ce mélange proviennent de La Longueville et la teneur totale en alumine est d'environ 20 % sur cuit.

CHARGE TOTALE	DIAMÈTRE	SECTION	RÉSISTANCE EN KG/CM ²
6,2 Kg.	1,54 cm.	1,86 cm ²	3,3
6,25	1,53	1,85	3,4
8,25	1,55	1,88	4,3
9,45	1,56	1,91	4,9
8,00	1,55	1,88	4,2
10,2	1,55	1,88	5,4

Malgré le peu de précision de cette technique, les écarts obtenus pour les trois compositions précédentes pourraient peut-être servir de guide pour la recherche des mélanges devant présenter une résistance importante à la traction, c'est-à-dire une bonne cohésion à froid. Ce serait le cas par exemple pour des pièces dont le séchage est difficile et qui ont tendance à se rompre.

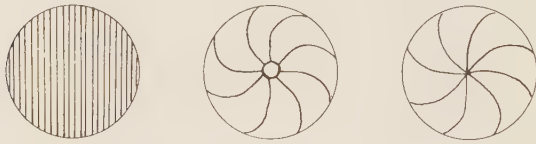


FIG. 6

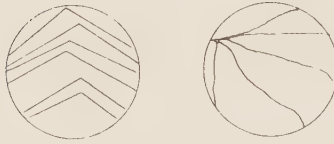


FIG. 7

Les écarts que nous avons trouvés ne sont point pour étonner. Non seulement on a des écarts du même ordre dans les essais de béton, mais des résultats analogues ont été obtenus sur les argiles par différents observateurs. On observe d'ailleurs la même chose en déterminant la résistance à la flexion des argiles cuites ou crues.

Il est certain que les amorces de fentes jouent un rôle considérable dans la rupture d'un matériau aussi hétérogène. Nous avons observé les sections de rupture à la loupe et constaté la présence de stries. Nous avons observé

que les éprouvettes étaient plus résistantes lorsque ces stries de rupture obéissaient à une certaine symétrie comme celle indiquée sur la fig. 6. Au contraire, les stries plus dissymétriques de la fig. 7 correspondaient toujours à des charges de rupture faibles.

III. — ESSAIS DE TRACTION A CHAUD

1) DISPOSITIF

Nos essais à la traction sont effectués dans un four électrique constitué par un cylindre de graphite servant de résistance. Le courant monophasé est donné par un groupe convertisseur alimentant le four par l'intermédiaire d'un transformateur à rapport de transformation variable. La montée en température est réglée à 2° par minute. L'atmosphère est réductrice.

Le tube chauffant a 20 centimètres de long et 37 millimètres de diamètre intérieur. La température est lue au moyen d'un pyromètre optique visant directement sur l'éprouvette.

On voit sur la figure 8 que la charge est appliquée directement. Les déformations sont amplifiées dix fois par un levier.

Pour les éprouvettes, nous avons choisi la forme cylindrique, avec une diminution de diamètre destinée à provoquer la rupture dans la partie médiane, au point le plus chaud du four et à l'endroit où se fait la mesure de température.

La fixation de l'éprouvette aux tiges de graphite a été résolue par assemblage par queues d'aronde ajustées lâche-

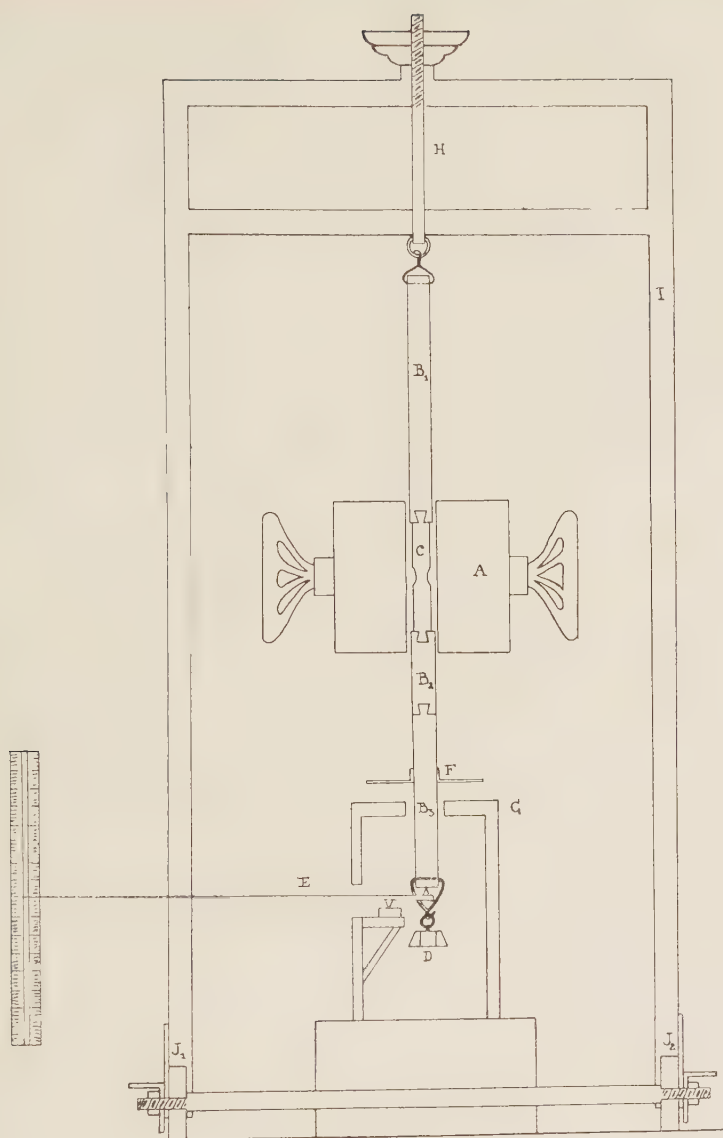


FIG. 8

Dispositif à la traction

A: Four électrique; B₁, B₂, B₃: Tiges de graphite munies de queue d'aronde; C: Eprouvette d'essai; D: Poids; E: Indicateur (amplification 10 fois); F: Support en tôle évitant une grande hauteur de chute; G: Support en bois; H: Tige métallique munie de vis permettant de régler la hauteur de l'éprouvette dans le four; I: Chassis métallique; J₁, J₂: Roues, sur lesquelles peut rouler le chassis I et permettant le réglage de l'éprouvette horizontalement.

ment. Ce dispositif nous permet de faire des éprouvettes courtes, tandis que le système de collier que nous avons utilisé pour les essais de traction à froid aurait nécessité que les deux extrémités sortissent du four, c'est-à-dire que les éprouvettes aient tout près de 30 cm. de long. De telles éprouvettes auraient été difficiles à obtenir et trop fragiles. Nous avons préféré mettre le système de fixation dans le four, quitte à faire l'effort nécessaire pour éviter tout glissement, comme on le verra par la suite.

2) OBTENTION DES ÉPROUVETTES

Les argiles crues sont broyées après séchage à la température du laboratoire puis passées au tamis 20.

Lorsque nous avons utilisé de l'argile cuite comme chamotte, nous avons toujours effectué l'addition de la même façon en montant à 1.000° en trois heures environ. Les terres cuites ont ensuite été broyées dans un concasseur à mâchoires et passées entre différents tamis.

Les pâtes ont été obtenues en mélangeant les matières premières dans les proportions désirées. Le mélange tamisé à plusieurs reprises pour l'obtention d'une bonne homogénéité, est délayé dans une terrine, en pâte claire. On laisse 48 heures en évitant l'évaporation et en agitant de temps à autre. Enfin, on fait évaporer plus rapidement jusqu'à l'obtention d'une pâte presque « normale ». On bat la pâte sur une plaque de verre pour la rendre très homogène, puis on procède à la fabrication des éprouvettes par roulage à la main. Puis les éprouvettes sont marquées et il est fait deux traits de repère qui permettront de mesurer le retrait au séchage.

3) SÉCHAGE

Bien que nos éprouvettes soient de forme très simple et très étroite, il nous a fallu porter beaucoup d'attention sur le séchage pour ne pas avoir de fentes et surtout de différences entre le centre et la périphérie.

Ces différences, peu sensibles après séchage, se révèlent seulement après l'essai de rupture à chaud. Si le séchage a été trop rapide, le centre de l'éprouvette est entièrement vidé, et celle-ci n'est plus qu'un cylindre creux.

Nous avons procédé au séchage en atmosphère confinée en mesurant chaque jour le retrait. Lorsque tout le retrait était pris, nous terminions rapidement le séchage à l'air jusqu'à poids constant. Le retrait est alors mesuré.

4) TAILLE DES ÉPROUVETTES

L'éprouvette est alors montée sur un tour en prenant comme seule précaution l'interposition d'un disque de bois pour recevoir la pointe. L'éprouvette est alors tournée avec soin et amenée au diamètre de 21 mm. La partie médiane est ensuite soumise à l'action d'un outil dont le profil est un arc de cercle de 30 mm. de rayon. L'action de cet outil est arrêtée lorsque le diamètre de la section la plus étroite est de 16 mm. (fig. 9).

On taille alors à la râpe les queues d'arondes des extrémités en ayant soin de mettre les sections principales à angle droit. Les éprouvettes sont alors cuites à 800° pour acquérir la solidité indispensable aux manipulations ultérieures. Cette température ne provoque aucun retrait ni modification sensible, mais elle communique une bonne dureté à l'éprouvette.

La longueur de l'éprouvette a été portée de 135 à 150 puis finalement à 180 mm. afin de sortir les queues d'aronde de la zone très chaude du four. Avec de trop faibles longueurs les queues d'aronde prenaient du retrait par suite de la température élevée, et de ce fait glissaient dans les parties femelles des tiges de graphite. Il en résultait un allongement général du système conduisant à de très fortes erreurs dans l'estimation des déformations.

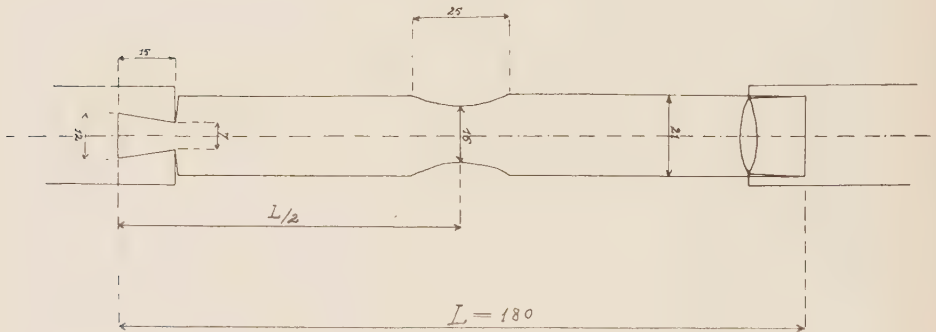


FIG. 9

Eprouvette d'essai. Cotes en mm.

5) MARCHE D'UN ESSAI

L'éprouvette étant accrochée aux tiges de graphite par ses queues d'aronde, l'ensemble est engagé dans le four et suspendu à une potence comme le montre la figure 8. On place ensuite la charge dans le plateau inférieur.

On élève tout d'abord assez rapidement la température et l'on atteint 1.000° en 45 minutes. Puis on règle le courant de telle manière que l'élévation de température soit de l'ordre de 2° par minute.

Le faible diamètre des éprouvettes fait que toute la section se trouve sensiblement à la même température. De ce fait on a peu de différence entre un essai mené lentement et un essai conduit un peu plus vite. Cependant nous avons constaté que l'essai plus rapide indiquait une température de rupture légèrement inférieure à celle donnée par l'essai lent. La différence ne dépasse pas 15° .

6) FIDÉLITÉ ET SENSIBILITÉ DE LA MÉTHODE

Il est évident qu'un facteur essentiel est la constance des éprouvettes d'essai. Lorsque celles-ci sont faites à la main

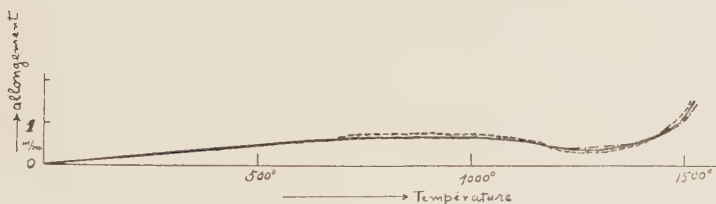


FIG. 10

comme c'est le cas dans tous nos essais, leur constance est assurée par un soin minutieux dans la préparation des pâtes, leur malaxage, leur séchage. Il est toujours apparu que dans cette préparation résidaient les plus gros facteurs de variabilité. Au contraire, la technique même de l'essai sous charge s'est montrée extrêmement fidèle.

Quant à la sensibilité, elle ressort des courbes ci-dessous (Fig. 10) obtenues à partir d'une même composition, celle des pots de la Glacerie de Boussois. La température de rupture est définie à $\pm 10^{\circ}$ près. La charge est de 1 kg/cm^2 .

La composition de ce mélange pour pots de glacerie est la suivante :

Terre crue à 38 % d'alumine sur cru....	25 %
Silice broyée au tamis 200	25 %
Terre cuite à 22 % d'alumine.....	25 %
Débris de pots	25 %

7) INFLUENCE DE LA CHARGE

Les diagrammes sont donnés par la figure 11.



FIG. 11
Mélange pour pots de Boussois sous différentes charges
(1): 200 gm/cm²; (2): 500 gm/cm²; (3): 1000 gm/cm²
(4): 2000 gm/cm²

CHARGE APPLIQUÉE	TEMPÉRATURE DE RUPTURE
200 gm/cm ²	1590°
500 gm/cm ²	1545°
1000 gm/cm ²	1525°
2000 gm/cm ²	1500°

La température de rupture diminue lorsque la charge croît. La figure 12 montre graphiquement la relation. Il n'est pas possible d'en déduire un point de fusion théorique par extrapolation vers la charge nulle en raison de la variation trop rapide dans cette région. Mais par contre

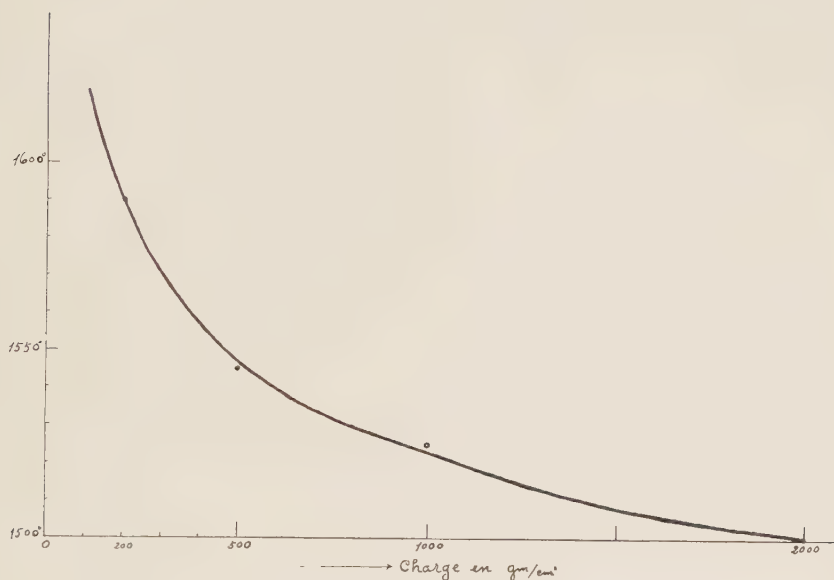


FIG. 12

on vérifie les craintes manifestées par L. Longchambon à l'égard de la température de fusion : les propriétés mécaniques varient très rapidement dans cette zone de température et il est très imprudent de tabler sur les qualités d'un réfractaire sisico-alumineux d'après son point de fusion.

Sur la courbe 1 (fig. 11), on voit deux retraits, le premier est celui de la terre crue et de la chamotte peu cuite, le second est dû au retrait supplémentaire des débris de pots.

8) CHOIX DE LA CHARGE TYPE

Notre dispositif permet d'appliquer des charges variant entre 100 grammes et quelques kilogs. Au-dessous de 500 grammes les résultats varient vite, mais entre 500 grammes et 2.000 on trouve à peine 50° d'écart. D'autre part, des tractions de 2 kgs/cm² ne se rencontrent jamais dans la pratique industrielle. Sur le fond d'un pot de glacerie la pression est de 200 grammes environ. Pour prendre une marge raisonnable, nous avons choisi comme charge type la traction de 1 kg/cm².

Pour vérifier l'accord des résultats donnés par cette charges avec les résultats industriels, nous avons soumis aux essais diverses compositions de pots de glaceries qui étaient connues de nous comme utilisables jusqu'à 1.520°. Nous avons obtenu les résultats suivants :

NOM DE MATÉRIAUX	TEMPÉRATURE DE RUPTURE
(1) Boussois	1525°
(2) Cirey I	1510°
(3) Cirey B1	1530°
(4) Cirey B 1 bis	1510°

Les courbes sont données par la figure 13.

Le résultat est en accord remarquable avec la pratique industrielle et confirme entièrement la notion de réfractarité définie par L. Longchambon, d'après l'asymptote verticale des diagrammes d'affaissement sous charge.

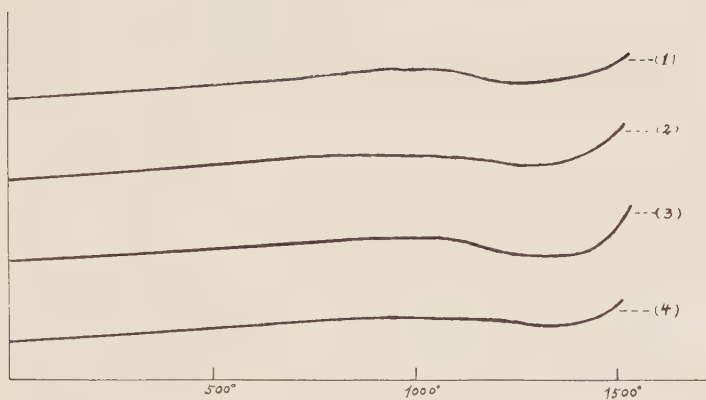


FIG. 13

Mélanges pour pots de glacerie

(1) Boussois	1525°
(2) Cirey 1	1510°
(3) Cirey B1	1530°
(4) Cirey B1 bis	1510°

9) INFLUENCE DE LA DIMENSION DES GRAINES DE LA CHAMOTTE

La terre de Provins a été coupée de chamotte constituée par la même terre cuite à 1.000°. On a fait varier la grosseur du grain de cette chamotte.

Composition : Terre de Courtil 50 %, Chamotte 50 %.

GROSSEUR DU GRAIN	TEMPÉRATURE DE RUPTURE
480 μ (tamis 30-60)	1525°
180 μ (tamis 100-150)	1630°
150 μ (tamis 100)	1650°
100 μ (tamis 150)	1660°

Pour vérifier ce relèvement de la température de rupture en fonction de la finesse sur un mélange industriel, nous avons passé au tamis 60 sans refus la composition de pots des Glaceries de Boussois.

Composition de Boussois	Temp. de rupture
au tamis 15	1525°
au tamis 60	1560°

10) INFLUENCE DE LA GROSSEUR DES GRAINS DE QUARTZ

Nous avons vu que l'on ajoute du quartz broyé dans la composition des pots de glacerie pour diminuer la teneur en alumine de la terre grasse utilisée. Il est intéressant de voir quel est l'intérêt d'un broyage très poussé. De même les terres maigres (siliceuses) sont plus recherchées lorsque le grain de silice est très fin. Cette faveur doit avoir une signification physique.

Nous avons donc fait des mélanges à 50 % de Terre Courtil et 50 % de quartz. Nous avons fait varier la grosseur des grains de 500 μ à 25 μ . Les grains très fins nous ont été très aimablement offerts par M. Monnet, Directeur technique des Glaceries de Saint-Gobain, que nous remercions ici très sincèrement.

GROSSEUR DU GRAIN	TEMPÉRATURE DE RUPTURE
Fontainebleau tout venant	1510°
480 μ	1500°
240 μ	1510°
180 μ	1520°
60 μ	1610°
24 μ	1595°

Les diagrammes sont donnés figure 14.

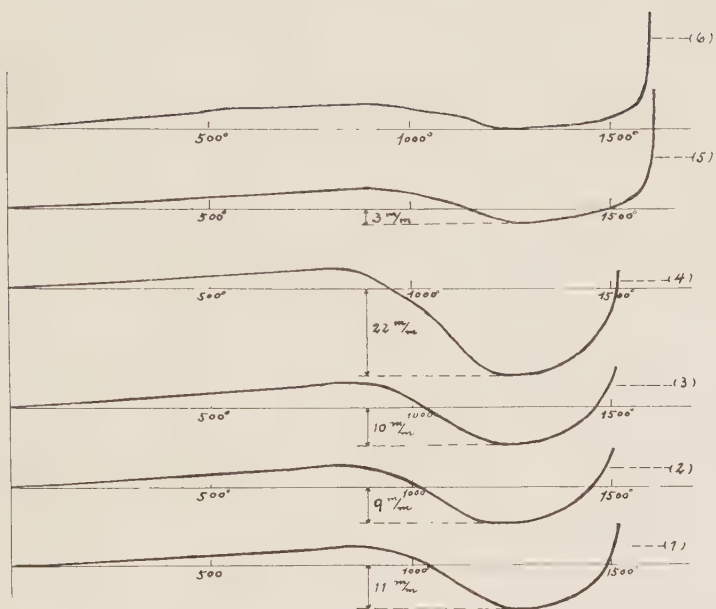


FIG. 14

Influence de la grosseur des grains de quartz

(1) 1510°	Courtil	50 %
	Sable naturel	50 %
(2) 1500°	Courtil	50 %
	Sable - 480 μ	50 %
(3) 1510°	Courtil	50 %
	Sable - 240 μ	50 %
(4) 1520°	Courtil	50 %
	Sable - 180 μ	50 %
(5) 1610°	Courtil	50 %
	Sable - 60 μ	50 %
(6) 1595°	Courtil	50 %
	Sable - 24 μ	50 %

On voit que la température du commencement de l'allongement est peu modifiée. Par contre :

1° Le retrait total de grésage varie beaucoup. Il augmente d'abord avec la finesse du grain, puis diminue très rapidement pour s'annuler aux grandes finesesses ;

2° La température de rupture augmente de près de 100° en passant des grains les plus gros aux grains très fins ;

3° La cassure se produit brusquement pour les gros grains. Au contraire, elle suit une période d'allongement pour les grains fins. Dans ce dernier cas, il est visible que les grains très fins se sont combinés à l'argile et que le verre obtenu est un verre siliceux visqueux. Dans le cas des gros grains il n'y a pas combinaison et le grain se comporte comme un corps étranger diminuant le pouvoir liant de l'argile.

11) INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE DE CUISSON

Les essais ci-dessous sont relatifs à 3 compositions, différant par le grain de la silice. Chacune d'elles a été soumise aux essais après deux traitements thermiques, une cuisson à 800° et une cuisson à 1.450°.

Composition : Courtil, 50 % ; Sable, 50 %.

Dimension des grains	Température de cuisson	Température de rupture
480 μ	800°	1500°
480 μ	1450°	1520°
180 μ	800°	1520°
180 μ	1450°	1530°
60 μ	800°	1610°
60 μ	1450°	1580°

Dans les deux premiers cas la température de cuisson préalable relève la température de rupture de 10 à 20°. Cette très faible influence de l'histoire thermique du réfrac-

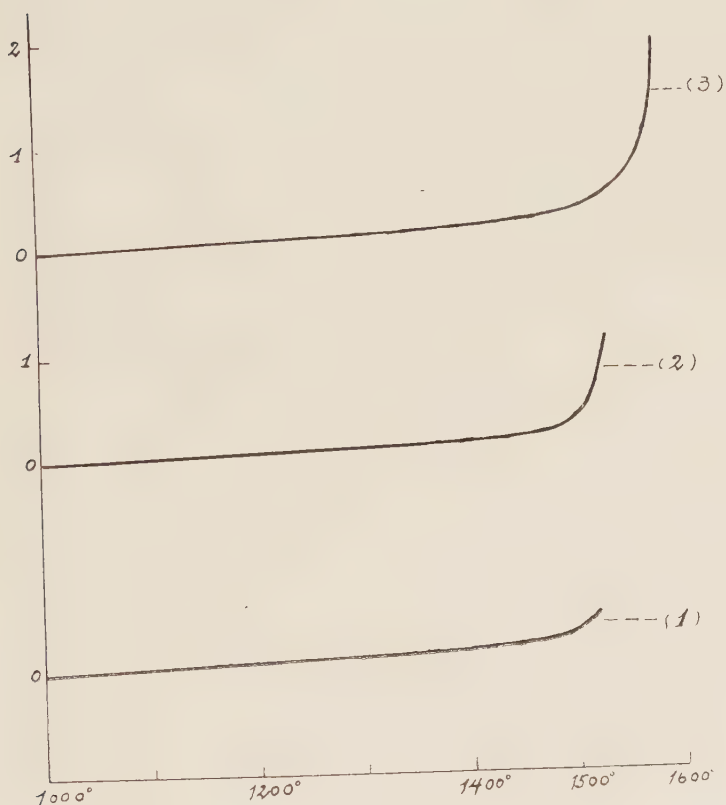


FIG. 15

taire confirme les conclusions de L. Longchambon relativement à la *réfractairité*, propriété de la *matière* du réfractaire et non de son état physique.

Pour le troisième échantillon, on trouve un écart en sens inverse. Mais cette pâte très fine est caractérisée par une grande sensibilité aux variations de température. Des fentes ont pu se produire au cours du refroidissement succédant à la cuisson préalable. Nous avons toujours remarqué que les éprouvettes en pâtes très fines se brisaient en morceaux pendant le refroidissement du four après l'essai de rupture.

D'autre part, nous remarquons la diminution du retrait due à la cuisson préalable, figure 15, comme on pouvait le prévoir.

12) ESSAIS SUR DIFFÉRENTES TERRES DE PROVINS

Nous avons étudié six argiles de la région de Provins dont ci-dessous la composition :

	Savin	Courtil	Saint-Amand	Chalautre	Saint-Loup	Courton
SiO ₂	54,9	45,1	56,2	47,3	51,3	46,5
Al ₂ O ₃	28,7	32,8	27,7	35,8	30,3	32,1
Fe ₂ O ₃	1,5	2,5	1,8	2,1	2,0	1,6
TiO ₂	1,3	1,1	1,3	1,3	1,4	2,1
CaO	0,3	0,3	0,3	0,4	0,4	0,2
MgO	—	0,1	0,1	trace	0,2	trace
P. R.	13,3	18,1	12,87	12,5	14,5	17,8

Les éprouvettes ont été faites avec parties égales de terre crue et de terre cuite à 1.000° passée au tamis 100.

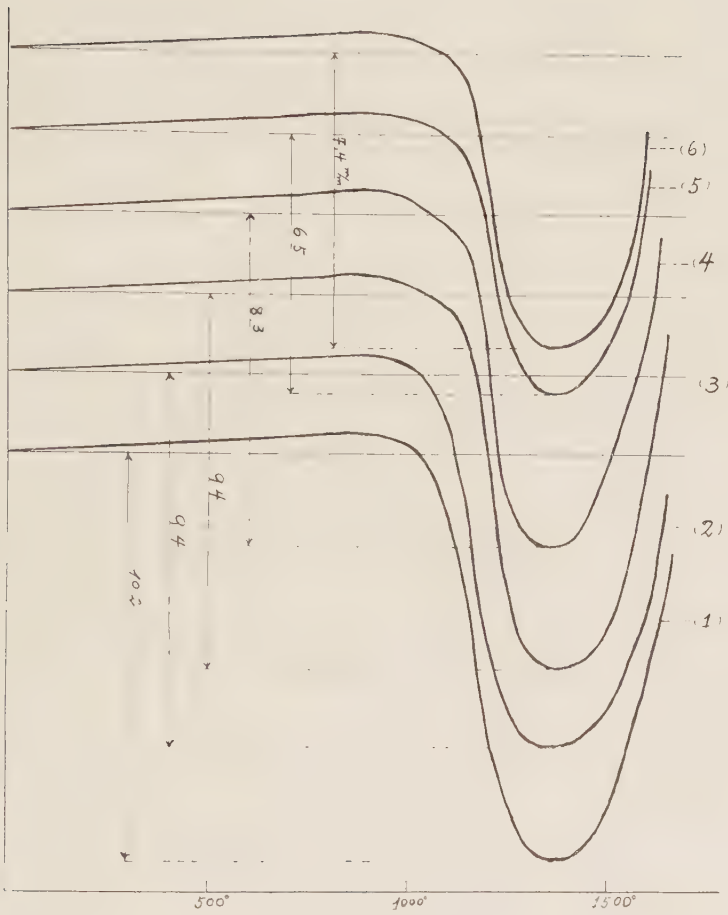


FIG. 16

Influence de la teneur en chaux

(1) Chalantré	1665°
(2) Courtil	1650°
(3) Courton	1645°
(4) Saint-Loup	1625°
(5) Savin	1595°
(6) Saint-Amand	1590°

Terre	Température de rupture	Teneur en alumine
Chalautre.	1665°	35,8 %
Courtil.	1650°	32,8 %
Courton	1645°	32,1 %
Saint-Loup.	1625°	30,3 %
Savin.	1595°	28,7 %
Saint-Amand.	1590°	27,7 %

Il ressort de ce tableau que la température de rupture croît comme la teneur en alumine. Ces terres sont en effet constituées par du kaolin coupé de quartz très fin qui joue le même rôle dans toutes.

D'autre part, on voit sur les diagrammes de la figure 16, que le retrait croît avec la teneur en alumine. Fait connu et parfaitement mis en évidence par nos essais.

IV. — ROLE DES CATIONS ADSORBÉS

1) ELECTRODIALYSE

La réfractairité des terres naturelles est toujours inférieure à celle de la kaolinite et à celle indiquée par la courbe du système binaire $\text{SiO}_2\text{—Al}_2\text{O}_3$.

Cela est évidemment dû aux éléments étrangers que contient l'argile, titane, fer, chaux, magnésie et alcalis. Nous nous sommes proposé de voir si la réfractairité pouvait être relevée par l'effet d'un traitement électrique convenable.

Nous avons électrodialysé nos argiles dans un appareil constitué par 3 cellules qui pouvaient être rendues solidaires au moyen d'un dispositif convenable de boulons. Le compartiment anodique était séparé du compartiment central par une feuille de parchemin. Une forte toile séparait le compartiment central du compartiment cathodique. Cette dissymétrie était rendue nécessaire par le fait que du côté anodique il est indispensable d'arrêter le passage des très fines particules d'argile. Au contraire, la paroi en toile forte laisse passer les gros ions dont on veut débarrasser l'argile, ions qui seraient arrêtés par une membrane en parchemin.

La cathode est constituée par des baguettes de charbon à arc, mais l'anode est formée d'un réseau de fils de platine, car les baguettes de charbon sont rapidement attaquées quand elles constituent l'anode.

La contenance de chaque compartiment est 1.500 cc. environ. On met 300 grs d'argile dans le compartiment central. Le voltage est porté progressivement de 50 à 200 volts. L'intensité reste sensiblement constante, environ 0,15 à 0,20 ampère.

Chaque jour, on vide les compartiments anodique et cathodique, on les remplit à nouveau d'eau distillée et on refait le plein du compartiment central. On arrête l'opération au bout de quatre jours. Les solutions anodique et cathodique sont alors analysées.

*Analyses des solutions de l'électrodialyse
correspondant à 100 grammes d'argile*

Solution cathodique		St-Loup	St-Amand	Courtil
Poids en grammes	/ Fe_2O_3	0,007	0,006	0,003
	Al_2O_3	0,001	0,017	0,002
	TiO_2	trace	trace	trace
	CaO .	0,267	0,230	0,291
	MgO .	0,002	0,005	0,004
	Alcalis.	0,070	0,066	0,018
Total en milliéquivalents.		12,3	11,3	11,2
Solution anodique				
Poids en grammes	SO_3 .	0,031	0,016	0,007
	P_2O_5 .	0,006	0,002	0,002
Total en milliéquivalents.		1,0	0,5	0,3

On remarque le désaccord entre la quantité d'anions et de cations retirés, conformément à l'étude publiée sur ce

point par L. Lonchambon et J. Zajtman. (Bull. de la Société Française de Minéralogie, 1938).

L'opération terminée, on retire la terre du compartiment central. Une partie est conservée à l'état de pâte pour constituer la partie crue des éprouvettes, l'autre partie est cuite à 1.000° pour constituer la chamotte.

2) NEUTRALISATION DES TERRES ÉLECTRODIALYSÉES

Les terres électrodialysées sont débarrassées de tous les ions qu'elles avaient adsorbés, principalement des ions Ca^{++} . Nous avons préparé des terres artificiellement chargées de cations en partant des terres électrodialysées et en leur ajoutant des quantités connues de bases.

La réaction des terres électrodialysées étant acide, nous avons suivi l'adsorption progressive en mesurant la concentration en ions H^+ en suivant la même technique que L. Longchambon et J. Zajtman. Nous indiquons ci-dessous les quantités de bases nécessaires pour obtenir la neutralité pour 3 terres différentes de Provins.

Quantité de base ajoutée	St-Amand	St-Loup	Courtil
NaOH	10,5 milliéqu.	9,6	10,9
$\text{Ca}(\text{OH})_2$	10,6	9,6	10,9
Vérification du pH			
NaOH	6,8	6,8	6,6
$\text{Ca}(\text{OH})_2$	6,8	7,0	6,6

3) ESSAIS DES TERRES TRAITÉES

Le tableau ci-dessous indique les résultats obtenus tant en ce qui concerne la température de rupture que le retrait

maximum. Les éprouvettes étaient constituées par 50 % de terre crue et 50 % de la même terre cuite. La charge à la traction était toujours de 1 kg/cm².

	Température de rupture			Retrait		
	St-Amand	St-Loup	Courtil	St-Amand	St-Loup	Courtil
Terre brute	1590°	1635	1650°	8 mm.	8,7 mm	9,4 mm
Terre électrodialysée.	1610°	1655°	1670°	10	10,3	10,9
Terre élec. et neutral. par NaOH	1595°	1640°	1650°	5,7	7,1	6,8
Terre élec. et neutral. par Ca (OH) 2 ..	1595°	1640°	1650°	7,8	9,1	9,1

On voit que la terre électrodialysée est toujours légèrement plus réfractaire que la terre naturelle. L'addition alcaline ramenant à la neutralité provoque une chute de réfractairité du même ordre que le gain produit par l'électrolyse.

Les terres électrodialysées prennent plus de retrait que les terres chargées de cations. Ce fait semble devoir rendre avantageuse l'utilisation de terres neutralisées, car le retrait de grésage est très souvent un gros inconvénient. Mais il est vraisemblable que cet avantage est compensé par une grande diminution des forces de cohésion.

4) RÔLE DE LA CHAUX

L'électrodialyse des terres montrait que le calcium jouait un rôle prépondérant parmi les cations adsorbés par les terres réfractaires. Nous avons voulu étudier avec plus de détails l'influence des additions de chaux sur les propriétés des argiles.

Nous sommes parti de terre St-Amand que nous avons électrodialysée. Nous avons fait à cette terre des additions

de chaux allant jusqu'à 4 %. Une partie de chaque mélange était transformée en chamotte par cuisson à 1.000° et broyage au tamis 100. Chaque éprouvette était faite à parties égales de cru et de cuit. Les résultats des essais de traction sont consignés dans le tableau suivant :

COMPOSITION DES PATES	TEMPÉRATURE DE RUPTURE	RETRAIT
St-Amand électrodialysée.	1610°	10 mm
St-Amand brute	1590°	8 mm
St-Amand + 1 % CaO..	1580°	7,5
St-Amand + 2 % CaO..	1565°	6,9
St-Amand + 3 % CaO..	1465°	6
St-Amand + 4 % CaO..	1365°	3,3

Les diagrammes sont représentés dans la figure 17. On voit que la différence entre la terre électrodialysée et la terre additionnée de chaux est immédiatement sensible quant au retrait. L'influence sur la température de rupture ne se fait sentir que pour des additions déjà importantes.

Mais ce que nos diagrammes montrent avec une grande clarté, et ce qui est la caractéristique essentielle de l'essai par traction, c'est le comportement de la terre une fois le retrait terminé. La terre électrodialysée donne un verre visqueux avant la rupture, la terre additionnée de chaux présente une rupture brusque.

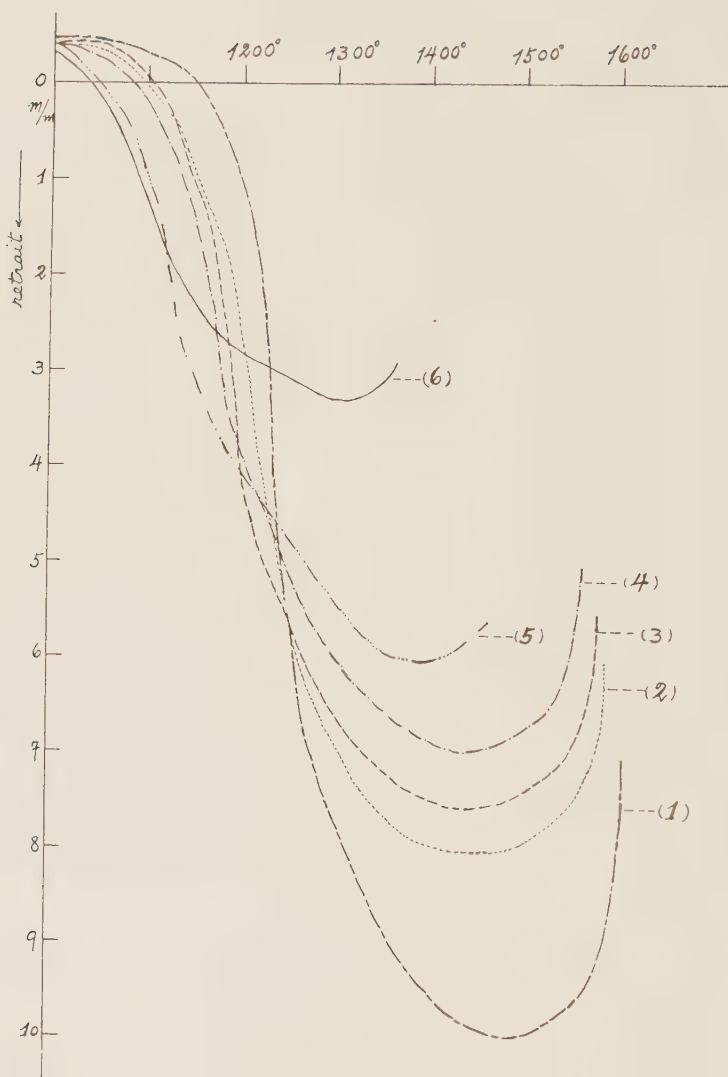


FIG. 17

Influence de la teneur en chaux

(1) Saint-Amand électrodialysé	1610°
(2) Saint-Amand brute	1590°
(3) Saint-Amand + 1 % CaO	1580°
(4) Saint-Amand + 2 % CaO	1565°
(5) Saint-Amand + 3 % CaO	1465°
(6) Saint-Amand + 4 % CaO	1365°

5) L'INFLUENCE DE LA CHAUX SUR LA POROSITÉ ET SUR L'EAU DE PLASTICITÉ

Au cours de nos essais, nous avons constaté que les terres électrodialysées ou neutralisées par la soude étaient visqueuses et plus plastiques qu'à l'ordinaire, tandis que les terres addtionnées de chaux semblaient plus « mai-
gres ». Nous avons cherché à mettre en évidence l'influence de la chaux sur la porosité et sur l'eau de plasticité de la terre St-Amand.

Eau de plasticité

Nous avons préparé des compositions à 50 % de cru et 50 % de cuit passé au tamis 100. Dans chaque composition le cru et le cuit avaient même teneur en chaux.

Les mélanges étaient travaillés en pâte claire qu'on laissait se raffermir progressivement par perte d'eau. Lorsque la pâte était normale, ce que l'on estimait en la travaillant à la main, on en prélevait 10 grs environ dont on déterminait l'eau de porosité par passage à l'étuve à 110°. On trouve dans le tableau ci-dessous les résultats de ces mesures.

% de CaO..	0	0,1	0,2	0,3	1,3	2,3	3,3	4,3
Eau de plasticité ..	32,4	29,8	29,1	28,6	30,5	31,5	33	35,4

La figure 18 représente ces résultats. Le % d'eau de plasticité diminue avec la teneur en chaux jusqu'au moment où la neutralité est atteinte. Puis à partir de cette neutralité l'eau de plasticité de la pâte normale croît avec la teneur en chaux. Le phénomène est tout à fait comparable à l'in-

fluence de la chaux sur la viscosité étudiée par Bayer (1) qui a observé la diminution de la viscosité jusqu'à la neutralité, et une augmentation au-delà. Les observations de Bayer ont été faites sur des suspensions aqueuses contenant de faibles quantités d'argile. Dans notre cas, nous avons une pâte contenant une grande quantité d'argile et

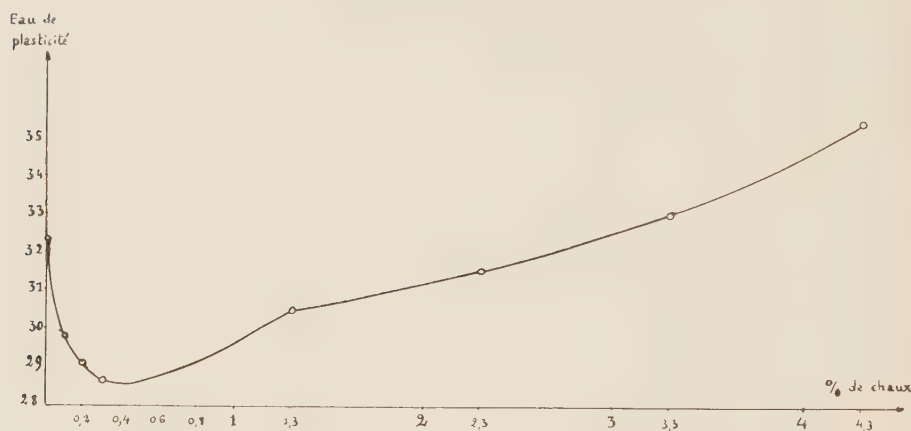


FIG. 18

une faible quantité d'eau. Mais les résultats de Bayer et les nôtres se raccordent cependant, la pâte exigeant d'autant plus d'eau de plasticité que la viscosité est plus élevée.

Porosité

Les pâtes sont préparées comme pour les essais précédents. Nous préparons ensuite des prismes de $50 \times 20 \times 10$ mm. Nous les séchons en atmosphère confinée puis nous

(1) Soil Science, vol. XXIX, N° 1, p. 291, janv. 1930.

les polissons avec soin au papier de verre. Les échantillons sont ensuite cuits à 700° et pesés.

Pour la mesure de la porosité, nous plaçons les échantillons debout dans un becher et nous ajoutons de l'eau distillée jusqu'à mi-hauteur de l'échantillon. Au bout de 3 heures l'eau a pénétré dans les pores par capillarité et nous remplissons le récipient. On porte à l'ébullition soir et matin pendant 2 jours. Le troisième jour, les échantillons sont sortis de l'eau, essuyés rapidement et enfermés dans un récipient taré. On procède ensuite à la pesée. Ci-dessous les résultats :

% de CaO	0	0,3	1,3	2,3	3,3	4,3
Porosité	27,3	24,8	26,8	28,4	30,3	33,8

On voit sur la figure 19 que la porosité varie comme l'eau de plasticité. Au total, dès que la quantité de chaux dépasse la neutralité la porosité augmente régulièrement, ce qui se traduit par une accélération du séchage.

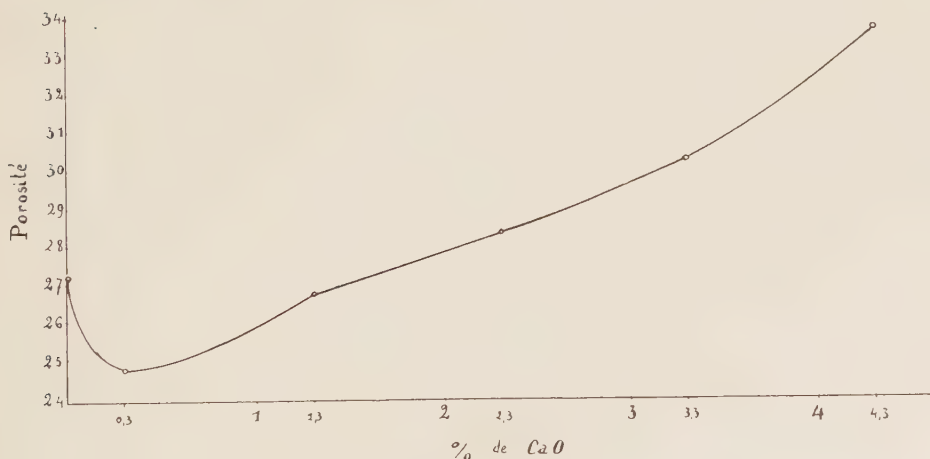


FIG. 19

V. — CONCLUSIONS

Nous avons étudié dans le détail un dispositif d'essai des matériaux réfractaires utilisant la traction.

Nous avons montré que la traction de 1 kg/cm^2 donnait des résultats conformes à la pratique industrielle.

Enfin, nous nous sommes servi de cette technique pour suivre l'influence de certains facteurs sur la réfractarité des terres :

- 1) Influence de la teneur en alumine ;
- 2) Influence de la finesse de la chamotte ;
- 3) Influence de la finesse des grains de quartz ;
- 4) Rôle de l'histoire thermique du réfractaire.

D'autre part, nous avons procédé à l'électrodialyse des terres pour pouvoir suivre l'effet des cations adsorbés. Nous avons étudié plus particulièrement le rôle du calcium sur l'eau de plasticité, la porosité, le retrait et enfin la réfractarité.

TABLE DES MATIÈRES

AVANT-PROPOS	7
I. <i>Introduction</i>	8
II. <i>Essais de traction à froid</i>	27
III. <i>Essais de traction à chaud</i>	32
1. Dispositif	32
2. Obtention des éprouvettes	34
3. Séchage	35
4. Taille des éprouvettes	35
5. Marche d'un essai	36
6. Fidélité et sensibilité de la méthode	37
7. Influence de la charge	38
8. Choix de la charge type	40
9. Influence de la dimension des grains de la chamotte	41
10. Influence de la grosseur des grains de quartz..	42
11. Influence de la température de cuisson	44
12. Essais sur différentes terres de Provins	46

IV. <i>Rôle des cations adsorbés</i>	49
1. Electrodialyse	49
2. Neutralisation des terres électrodialysées	51
3. Essais des terres traitées	51
4. Rôle de la chaux	52
5. Influence de la chaux sur la porosité et sur l'eau de plasticité	55
V. <i>Conclusions</i>	58

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté:

STRUCTURE DES PROTÉINES

VU ET APPROUVÉ:

Nancy, le 17 Juin 1938.

Le doyen de la Faculté des Sciences,

R. CORNUBERT.

VU ET PERMIS D'IMPRIMER:

Nancy, le 18 Juin 1938.

Le Recteur de l'Université,

Président du Conseil de l'Université.

L. BRUNTZ,

